Utilisation d'un viscosimètre à capillaire

Il existe plusieurs modèles de viscosimètre à capillaire : viscosimètre d'Ostwald, viscosimètre type Ubbelohde, viscosimètre AFNOR, etc.
L'écoulement est de « **type Poiseuille** » : leliquide s'écoule entre 2 parois fixes.

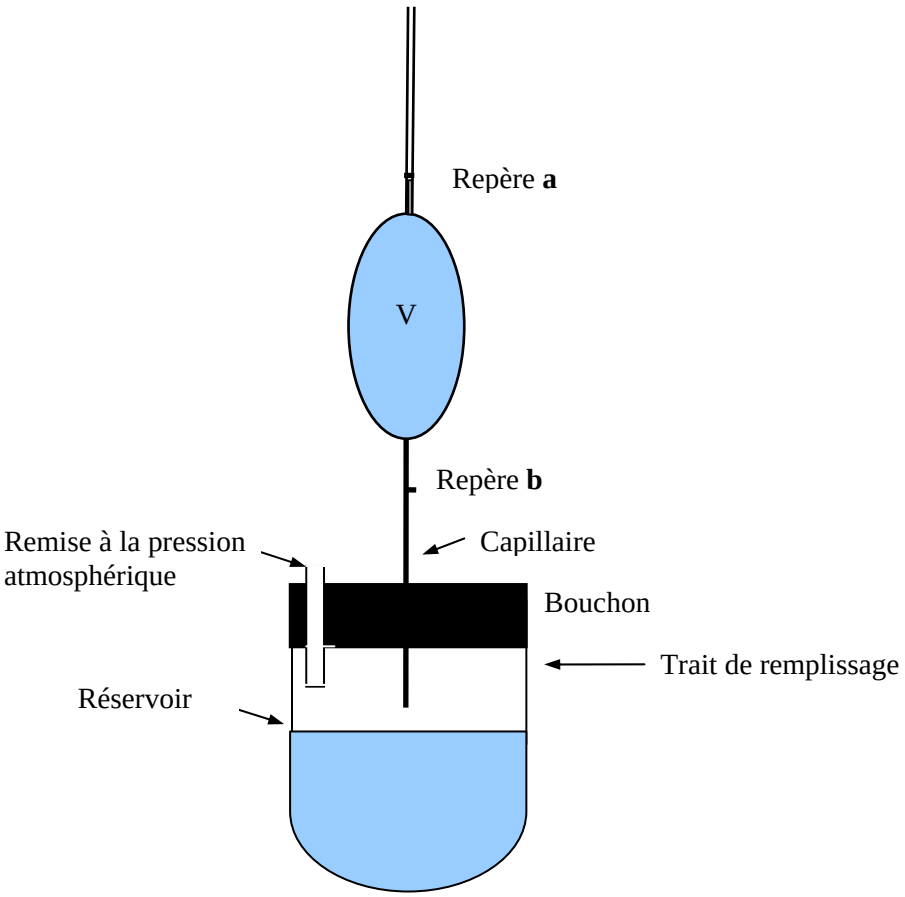
1) Principe

L'utilisation de ce viscosimètre à capillaire n'a de sens que pour les ***liquides newtoniens dont la viscosité est constante à température constante, quelle que soit la vitesse de cisaillement.*** Le régime d'écoulement doit être laminaire. Le rayon R du tube capillaire doit être choisi en fonction de la viscosité η du liquide étudié. La durée d'écoulement doit être supérieure à 100 s ; dans le cas contraire, l'écoulement n'est plus laminaire. Il faut changer de tube capillaire et donc choisir un autre viscosimètre.

La viscosité η du liquide est proportionnelle à la durée de vidange t du volume V de liquide compris entre les deux repères **a** et **b** et à la masse volumique ρ du liquide, exprimée en $g.cm^{-3}$.

$\eta = (\pi R^4 g / 8V)\, \rho\, t = k\, \rho\, t$ ***A partir de quelle loi établit-on cette relation ?***

k est la *constante d'étalonnage* du viscosimètre ; elle est fournie par le constructeur, après étalonnage avec des liquides de viscosité connue. *k* ne dépend que de la géométrie du viscosimètre.
Relever, sur le certificat d'étalonnage, la constante *k* du viscosimètre utilisé (attention aux unités).



Placer le viscosimètre dans la cuve thermostatée avec beaucoup de précaution car il est très fragile et coûte très cher, plus de 150 Euros. Attention de ne pas le casser en le serrant avec la pince.

2) Mode opératoire

A l'aide d'une propipette, faire monter le liquide au-dessus du repère **a**, puis la retirer.
Déclencher le chronomètre lorsque le niveau du liquide passe en **a** et l'arrêter au passage en **b**.
Noter le temps d'écoulement du liquide entre les 2 repères.

Attention *:* le tube de mise à la pression atmosphérique du réservoir ne doit pas plonger dans le liquide.

Influence de la température sur la viscosité de l'eau : η = A exp(B/T)

1) Mesures

Effectuer une première mesure à la température ambiante.
Effectuer ensuite une série de 10 mesures à des températures croissantes, tous les 3 °C environ.
Attention, la mise en équilibre thermique de la cuve est assez longue.

θ										
t(s)										
η_{mPl}										

Pour vérifier vos calculs, η est de l'ordre de *1,0 mPl* à la température ordinaire.

2) Loi d'Arrhénius : $\eta = A\ exp\left(\frac{B}{T}\right)$

a) Poser : $x = 1/T = 1/(273 + \theta)$ et $y = ln\ (\eta)$
L'équation de la courbe est de la forme *: y = f(x) = lnA + B*x*
Modéliser la courbe : y = f(x) pour trouver lnA et B

b) En déduire la relation entre η et T en traçant et en modélisant la courbe *:* η = A exp(B/T)

c) Comparer les valeurs que vous trouvez avec les valeurs relevées dans le Handbook.
Pourquoi observe-t-on une différence qui peut être assez élevée aux fortes températures ?

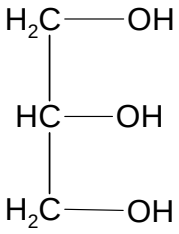
Masse volumique de l'eau : ρ (g.cm^{-3}) à différentes températures θ (°C)

10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60
0,99973	0,99913	0,99823	0,99707	0,99568	0,994 6	0,99225	0,99024	0,98807	0,98572	0,98323

Variation de la viscosité de l'eau en fonction de la température θ (°C) (Handbook)

θ (°C)	0	10	20	25	30	40	50	60	70	80	90
η (mPl)	1,793	1,307	1,002	0,890	0,7977	0,6532	0,5470	0,4665	0,4040	0,3544	0,3145

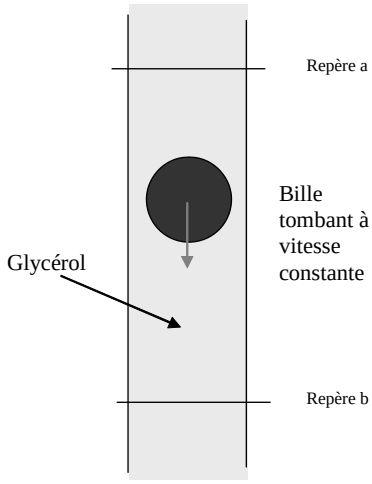
Influence de la température sur la viscosité du glycérol : η = A exp(B/T)



Glycérol : propan – 1, 2, 3 - triol

Formule moléculaire	= $C_3 H_8 O_3$
Masse molaire	= 92.094 g
Indice de réfraction	= 1.489 ± 0.02
Densité à 20 °C	= 1.297 ± 0.06 g/cm^3
Moment dipolaire : $\mu_{glycérol}$	= 2,60 Debye

Le glycérol étant un liquide newtonien et sa viscosité étant grande, on utilise un ***viscosimètre à chute de bille***. *La bille en acier* ***N°4*** *a une constante : K = 0,55715 et une densité 8,145*



Noter les forces qui s'exercent sur la bille.
Pourquoi a-t-elle une vitesse constante ?

$\eta_{mPl} = 0{,}55715\ (8{,}145 - 1{,}297)\ t$

t = temps de chute entre les 2 repères distants de 10 cm

Temps	t					
Température (°C)	θ					
Viscosité	η (mPl)					

Vérification de la loi d'Arrhénius

Ecrire : $\eta = A\ exp\left(\frac{B}{T}\right)$ revient à écrire : $\ln(\eta) = lnA + B/T = lnA + B\,x$

Créer les variables : $x = \frac{1}{T} = \frac{1}{(273+\theta)}$ et $y = ln(\eta)$

Modéliser la courbe : $y = f(x)$ pour trouver lnA et B
En déduire la relation entre η et T en traçant et en modélisant la courbe : $\eta = A\ exp(B/T)$

Comparer les valeurs que vous trouvez avec les valeurs relevées dans le Handbook.

Température (°)	15	20	25	30	50	75
Viscosité (Pl)	2,33	1,49	0,934	0,629	0,152	0,0398

Pourquoi observe-t-on une différence qui peut être assez élevée aux fortes températures ?
Pourquoi la viscosité du glycérol diminue-t-elle beaucoup quand la température augmente ?

Comparaison des propriétés rhéologiques de différents fluides

Utilisation du viscosimètre Brookfield à cylindres coaxiaux - mobiles 21 et 28

Pour différentes vitesses de rotation (RPM), on relève la vitesse de cisaillement $\dot{\varepsilon}$ (SR), le taux de cisaillement τ (SS) et la viscosité η (cP) pour différentes fluides, à une *température fixe* car la viscosité varie en fonction de la température (loi d'Arrhénius).

Bien noter la température du thermostat ($\theta \sim 20$ °C)

Caroube à 5 g.L^{-1} ; fluide rhéofluidifiant sans seuil d'écoulement : $\tau = k\ \dot{\varepsilon}^{n}$ (mobile 21)

RPM	60													200
SR = $\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})														
SS = τ ($dynes.cm^{-2}$)														
SS = τ (Pa)														
η (cP = mPl)														

1 dyne.cm^{-2} = 10^{-1} Pa
Un *dyne* est la force appliquée à 1 gramme pour lui communiquer une accélération de 1 $cm.s^{-2}$.

Rhéogramme

- Tracer le rhéogramme : $\tau_{(Pa)} = f(\dot{\varepsilon})$. Commencer la courbe à (0, 0)
- Pour le caroube, trouver l'équation : $\tau = k\dot{\varepsilon}^{n}$; k : indice de consistance ; n = indice d'écoulement (n est compris entre 0,4 et 0,8)
- Tracer et modéliser sur le même graphe, avec une échelle différente à droite : $\eta_{(mPl)} = f(\dot{\varepsilon}) = \tau/\dot{\varepsilon} = 1000\ k\ \dot{\varepsilon}^{n-1}$

Caroube à 10 g.L^{-1} ; fluide rhéofluidifiant sans seuil d'écoulement : $\tau = k\ \dot{\varepsilon}^{n}$ (mobile 28)

RPM														200
SR = $\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})														
SS = τ ($dynes.cm^{-2}$)														
SS = τ (Pa)														
η (cP = mPl)														

Même travail que précedemment.

Xanthane à 5 g.L^{-1} : fluide rhéofluidifiant avec seuil d'écoulement : $\tau = \tau_o + k\,\dot{\varepsilon}^{\,n}$ (mobile 28)

RPM														200
SR = $\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})														
SS = τ ($dynes.cm^{-2}$)														
SS = τ (Pa)														
η (cP = mPl)														

Rhéogramme

- Tracer le rhéogramme : $\tau_{(Pa)} = f(\dot{\varepsilon})$. Commencer la courbe à (0, 0)
- Pour le xanthane, trouver l'équation : $\tau = \tau_o + k\,\dot{\varepsilon}^{\,n}$
  τ_o = seuil d'écoulement ; k : indice de consistance ; n = indice d'écoulement
- Tracer sur le même graphe, avec une échelle différente à droite :
  $\eta_{(mPl)} = f(\dot{\varepsilon}) = \tau/\dot{\varepsilon} = 1000\,(\tau_o/\dot{\varepsilon} + k\,\dot{\varepsilon}^{\,n-1})$

Glycérol : fluide newtonien : $\tau = \eta\,\dot{\varepsilon}$; la viscosité doit être constante (mobile 28)

RPM														200
SR = $\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})														
SS = τ ($dynes.cm^{-2}$)														
SS = τ (Pa)														
η (cP = mPl)														

- Tracer le rhéogramme : $\tau_{(Pa)} = f(\dot{\varepsilon})$. Commencer la courbe à (0, 0)
- Pour le glycérol, trouver l'équation : $\tau = \eta\,\dot{\varepsilon}$
- Tracer sur le même graphe, avec une échelle différente à droite : $\eta_{(mPl)} = f(\dot{\varepsilon})$ = constante

Influence de la température

Pour l'un des fluides étudiés, faire tourner le cylindre à 60 tours par minute.
Relever la viscosité en fonction de la température.

θ										
η_{mPl}										

- La viscosité de ce fluides vérifie-t-elle la loi d'Arrhénius : $\eta = A\ exp\left(\frac{B}{T}\right)$

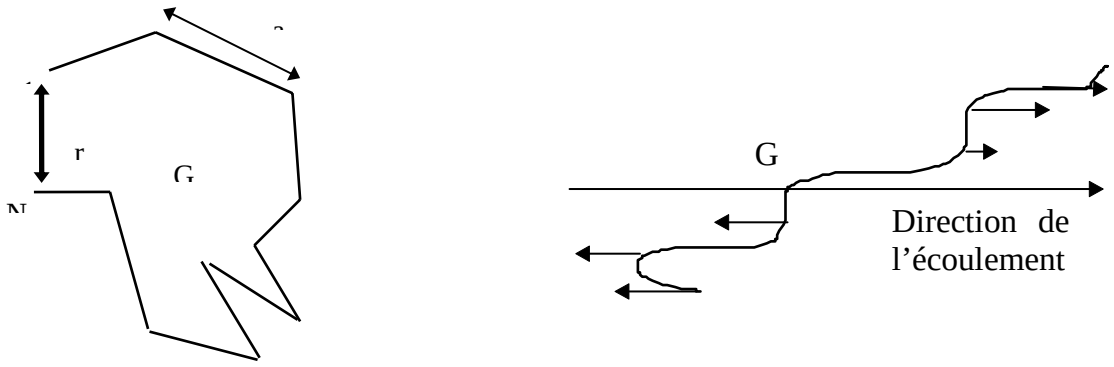
Comparaison des propriétés rhéologiques de la gomme xanthane et de la gomme de caroube

Dans les domaines alimentaires (crèmes glacées par exemple) et cosmétiques sont utilisés des biopolymères, seuls ou en mélange, pour leurs propriétés épaississantes et gélifiantes. Les macromolécules structurent la phase aqueuse et jouent un rôle déterminant sur la texture obtenue ou la stabilité du produit. Ils donnent du corps, du moelleux, de l'onctuosité. Ils permettent également une meilleure rétention des liquides.

La **gomme de caroube (E410)** est la farine d'une graine de légumineuse « Ceratonia siliqua », arbuste du littoral méditerranéen. Le composant majoritaire est un galactommannase, polyoside dont la chaîne principale linéaire est constituée de mannose liés en β-(1-4) et porte des résidus galactose liés en α-(1-6) répartis de façon irrégulière faisant apparaître l'existence de zones « lisses » et de zones plus « branchées ».

C'est un polymère neutre qui ne se dissout bien qu'à chaud (70 °C). Il adopte en solution une conformation désordonnée en **pelote statistique**.
Une chaîne macromoléculaire, constituée d'un très grand nombre N de maillons élémentaires de longueur a est capable de se déplier, de se détendre ou de se replier.
Si r = 0, la molécule est dans son état le plus désordonné : pelote statistique en repliement total ; l'entropie est maximale.
Sous **l'action d'une contrainte** par exemple, les segments s'étendent et se déploient dans le sens de l'écoulement, créant une structure plus ordonnée. L'entropie et le désordre diminuent.
Mais **l'agitation thermique** va exercer un effet de résistance à l'entraînement qui tend à replier la molécule sur elle-même pour augmenter le désordre.

Pelote statistique



La **gomme xanthane (E415)** est un polyoside exocellulaire synthétisé par une bactérie d'origine phytopathogène « Xanthomonas campestris ». Au plan industriel, la gomme est obtenue par culture du micro-organisme en aérobiose sur milieu glucosé.
La chaîne principale du polymère est constituée de motifs glucose liés en β-(1-4), chaîne identique à celle de la cellulose, un glucose sur 2 porte en position 3 un branchement de 3 résidus : un mannose acétylé, un acide glucuronique et un mannose portant un groupement pyruvate. Les taux d'acétate (~1) et de pyruvate (~30 à 50 %) sont variables suivant les conditions de production.

A température ordinaire et en présence de sel (KCl ou NaCl), la chaîne adopte une conformation ordonnée, **semi-rigide en hélice**, ce qui lui confère un caractère très rhéofluidifiant (indice de comportement : $n \approx 0{,}25$. Le xanthane est réputé apporter une viscosité très élevée « au repos » et conférer un caractère nettement plus rhéofluidifiant que le caroube.
La gomme xanthane est l'undes principaux biopolymères utilisés pour la stabilisation des sauces salades : dès que le seuil d'écoulement est dépassé (quelques Pa), le produit présente un caractère rhéofluidifiant prononcé. La sauce s'écoule facilement. Au contact de la surface sur laquelle elle est versée, l'écoulement se ralentit. La viscosité redevient très élevée et le seuil d'écoulement assure le « pouvoir nappant » de la sauce.

Variation de la viscosité de l'eau en fonction de la température

Référence : Handbook 6 - 20

Température	η (mPl)
0	1,793
10	1,307
20	1,002
25	0,890
30	0,7977
40	0,6532
50	0,5470
60	0,4665
70	0,4040
75	0,378
80	0,3544
90	0,3145
100	0,2818

Viscosité de solutions de sucre à 20 °C en fonction de la concentration

Référence : Handbook 6 - 250

Concentration en masse (%)	η (mPl)
0	1
5	1,13
10	1,31
20	1,92
40	5,98
60	58,5

Mode d'emploi du viscosimètre Brookfield DVII + Mobile 21

Motor on/off Démarre ou arrête le moteur

Set speed Fait tourner le moteur à la vitesse sélectionnée

Select display Sélectionne le paramètre affiché

%	Couple du viscosimètre en %	
CP	Viscosité en centipoises	1 mPl = 1 cp
SS	Contrainte de cisaillement (dynes.cm^{-2})	Shear Stress
SR	Vitesse de cisaillement (s^{-1})	Shear Rate

Autorange Indique le maximum (100 % de couple) de viscosité pouvant être atteint avec le mobile sélectionné et la vitesse présente.

Select speedle Permet le choix du mobile par une première, puis sélection par défilement de la table, suivi d'une seconde pression de la touche.

Mise en route

1) Autozéro

A la mise sous tension, l'affichage indique :

BROOKFIELD DVII+
RV VISCOMETER

Après quelques secondes , un nouveau message apparaît :

REMOVE SPINDLE
PRESS ANY KEY

Après 15 secondes, l'affichage indique :

REPLACE SPINDLE
PRESS ANY KEY

2) Choix du mobile

Une pression sur la touche « **Select Spindle** » amène le clignotement du symbole SP. Si l'une des touche ↑ ou ↓ est pressée pendant le clignotement de SP, les 2 caractères à gauche de SP changent. Lorsque le code souhaité est affiché : **21**, relâcher la touche ↑ ou ↓ et appuyer sur la touche « **Select Spindle** ».

3) Choix de la vitesse de rotation (18 valeurs possibles)

Une pression sur l'une des touches ↑ ou ↓ affiche à droite de RPM la vitesse actuellement mémorisée.
Si la pression sur l'une des touches ↑ ou ↓ est maintenue, il y a défilement des différentes valeurs de vitesses. Pour en sélectionner une, relâcher la touche pression sur l'une des touches ↑ ou ↓ et presser sur la touche « Set Speed ». Le symbole RPM cesse de clignoter et le viscosimètre démarre à la vitesse sélectionnée.

cP	Viscosité en mPl
SP	Choix du mobile
RPM	Vitesse de rotation
°C	Température de la solution étudiée
SR	Vitesse de cisaillement
SS	Taux de cisaillement

cP1234	SP 21
100 RPM	23.9 °C

Exemple

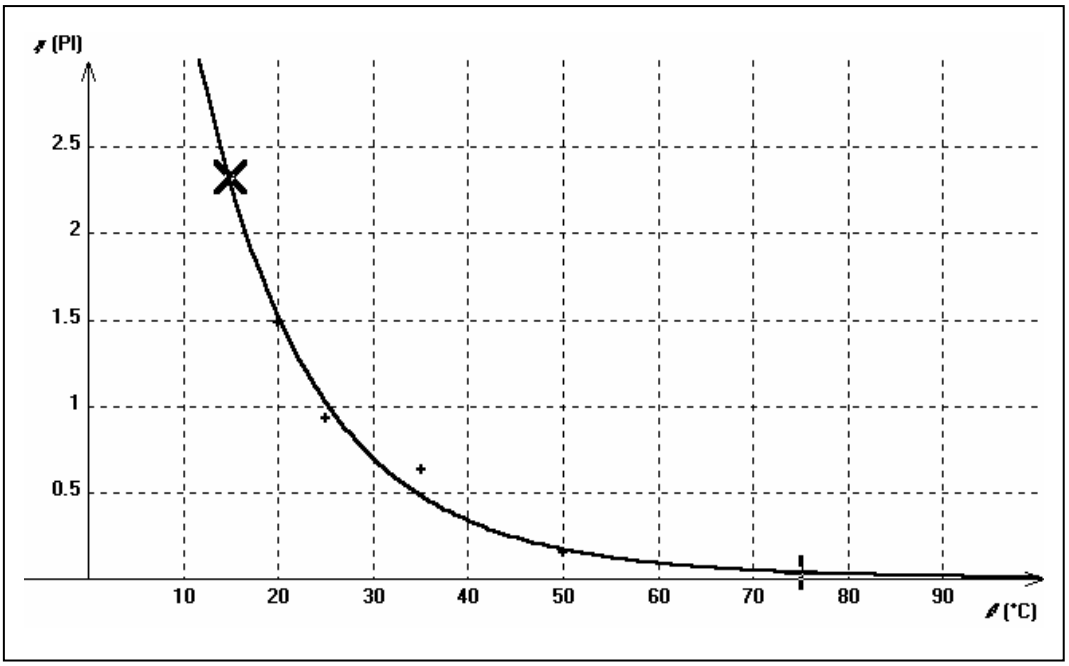
Si la viscosité est hors limites, cette indication apparaît : % EEEE. Il faut donc changer de mobile.
Si la viscosité est trop faible, cette indication apparaît : % ?. Il faut donc changer de mobile.

Influence de la température sur la viscosité du glycérol

η = A exp(B/T)

Données Handbook

Température (°)	15	20	25	30	50	75
Viscosité (Pl)	2,33	1,49	0,934	0,629	0,152	0,0398



$\eta(Pl)$ = A exp(B/T) = 95,2 10^{-12} exp (6880/(273 + θ)